

=07.0059.29208

>USA-3,907,701

S. no. 06/367147

Int. Cl. 2:

C 10 G 33/04

5

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 22 27 546 B 2

Auslegeschrift 22 27 546

⑩
⑪
⑫
⑬
⑭

Aktenzeichen: P 22 27 546.3-44
Anmeldetag: 7. 6. 72
Offenlegungstag: 3. 1. 74
Bekanntmachungstag: 3. 8. 78

⑮

Unionspriorität:

⑯ ⑰ ⑱

-

⑲

Bezeichnung: Verwendung von oxalkylierten Polyalkylenpolyaminen zur Schnellentwässerung von Rohölen

⑳

Anmelder: BASF AG, 6700 Ludwigshafen

㉑

Erfü.d.er: Liebold, Gert, Dr., 6800 Mannheim; Oppenländer, Knut, Dr.; Büttner, Egon; Fikentscher, Rolf, Dr.; 6700 Ludwigshafen; Mohr, Rudolf, Dr., 6840 Lampertheim

㉒

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

US 27 92 372

US 25 52 531

US 25 52 530

Patentansprüche:

1. Verwendung von oxalkylierten Polyalkyleniminen zur Schnellentwässerung von Rohölen, dadurch gekennzeichnet, daß man als oxalkylierte Polyalkylenimine mindestens ein an den Stickstoffatomen vollständig jeweils 10- bis 300fach oxalkyliertes Polyalkylenpolyamin mit 50 bis 2000 wiederkehrenden Alkylenimin-Einheiten im Molekül einsetzt.

2. Verwendung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als oxalkyliertes Polyalkylenpolyamin ein durch

- a) Oxpropylierung allein,
- b) Oxpropylierung und nachfolgender Oxyäthylierung oder
- c) Oxyäthylierung und nachfolgender Oxpropylierung erhaltenes Produkt einsetzt.

3. Verwendung gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß in b) das Verhältnis Propylenoxid zu Äthylenoxid bis zu 1:15 und in c) das Verhältnis Äthylenoxid zu Propylenoxid 20:1 bis 1:20 ist.

4. Verwendung gemäß den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Oxalkylierungsprodukte in Mengen von 1 bis 10 000 ppm, vorzugsweise 10 bis 1000 ppm, dem Rohöl zugesetzt werden.

5. Verwendung gemäß den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Oxalkylierungsprodukte als 0,5- bis 50gewichtsprozentige Lösungen in Wasser oder organischen Lösungsmitteln eingesetzt werden.

sionsspalter bekannt, die aus oxalkylierten Rückstandsprodukten bestehen, die nach der Destillation von Reaktionsprodukten aus Äthylenchlorid mit Ammoniak übrigbleiben und maximal 10 bis 11 wiederkehrende Äthylenimin-Einheiten enthalten. Diese Spalter bewirken aber nach ihrer Anwendung einen noch zu großen Gehalt an Restwasser, Restsalz oder Restemulsion, und sind nur bei wenigen speziellen Ölarten genügend wirksam.

Die Wasser-in-Öl-Emulsionen werden üblicherweise unter vergleichsweise hohem Energieaufwand je nach Viskosität auf Temperaturen von 40 und oft über 80°C erhitzt, um dann mit einer chemischen oder kombinierten elektrisch-chemischen Arbeitsweise auf die gewünschten niedrigen Gehalte an Wasser, Salz und eventuell Restemulsion gebracht zu werden.

In jedem Falle ist es wünschenswert, daß die Wasser-in-Öl-Emulsionen auch bei den Temperaturen, bei denen sie gefördert werden, d. h. zwischen 10 und 40°C, unter Zutat von geeigneten Spaltern ohne Aufheizen gespalten werden können.

Einen Universalsspalter für die gesamte auf der Erde vorkommende Palette von Rohölarten zu finden, ist aufgrund des verschiedenen Aufbaues der Rohöle eine an Utopie grenzende Forderung.

Immerhin ist es aber wünschenswert, für größere Mengen an verwandten Ölarten einheitliche Spalter zu entwickeln, da sonst auf diesem Gebiet eine zu große Anzahl von Produkten erforderlich wäre.

Die bisher verwendeten Spalter, die meistens auf der Grundlage von oxalkylierten Verbindungen und deren einfachen Derivaten beruhen, und wobei es sich meistens um niedermolekulare oxalkylierte Produkte handelt, wirkten hauptsächlich bei Rohölen, die nicht allzu hohe Anteile an höhermolekularen Kohlenwasserstoffen aufwiesen. Derartige die letztgenannten Stoffe enthaltenden Öle sind in ihren Eigenschaften bezüglich des Stockpunktes und ihrer Viskosität von den niedermolekularen Anteilen enthaltenden Ölen verschieden und sind daher wesentlich schwieriger zu destillieren.

Zumindest muß man bei höheren Temperaturen arbeiten, muß auf jeden Fall bei Anwendung der bisherigen Spalter auch die elektrische Energie (elektrische Wasserabscheider) zu Hilfe nehmen, und man muß vor allem, was eine erhebliche Verteuerung bedeutet, mit der Höchstmenge an möglichem Desmulgator vorgehen, um eine einigermaßen befriedigende Entwässerung zu erreichen.

Es ist eine bekannte Tatsache, daß die Menge an Desmulgator in einer Emulsion gewissen Grenzen unterworfen ist. Wenn diese Grenzen überschritten werden, d. h. wenn zu viel an Desmulgator zugesetzt wird, können diese unter Umständen wieder als Emulgatoren wirksam werden, d. h. der Effekt kehrt sich um.

Das Ziel der vorliegenden Erfindung bestand darin, Verbindungen als Desmulgatoren zur Entwässerung von Rohöl und speziell von solchen Rohölen, die einen hohen Anteil an höhermolekularen Kohlenwasserstoffen aufweisen, aufzufinden. Ein spezielles Ziel war es, mit möglichst geringen Zusätzen an Desmulgatoren auszukommen, und vor allem die Spaltung bei noch vertretbaren niedrigen Temperaturen durchzuführen. Außerdem sollte im Hinblick auf die gesetzlichen Bestimmungen des Umweltschutzes dafür Sorge getragen werden, daß die Spalter nach Möglichkeit nicht die Korrosion von beispielsweise Pipelines begünstigen.

Die Erfindung betrifft die Verwendung von oxalkylierten Polyalkylenpolyaminen als Erdölemulsionsspalter zur Schnellentwässerung von Rohölen.

Es ist bekannt, daß man aus Blockcopolymerisaten aus Äthylen- und/oder 1,2-Propylenoxid Erdölemulsionen des Typs Öl-in-Wasser spalten kann, wie beispielsweise die US-Patentschrift 29 64 478 lehrt. Derartige Emulsionen bestehen aus Wasser, in denen Öl in Form feiner Tröpfchen emulgiert ist. Die Verbindungen gemäß dieser Literaturstelle eignen sich nicht für Emulsionen entgegengesetzten Aufbaus, nämlich von Wasser-in-Öl-Emulsionen, bei denen das Wasser in Form feiner Tröpfchen in der Ölphase emulgiert ist. Die Spaltung der letztgenannten Typen, d. h. die Entwässerung frischförderter Rohöle, stellt aber eine in der Mineralölindustrie sehr wichtige Aufgabe dar, und zahlreiche Lösungsversuche werden in einer großen Anzahl von Patentschriften und Aufsätzen vorgebracht.

Es ist auch schon bekannt, derartige Blockcopolymerisate, sofern sie definierte Zusammensetzungen aufweisen, als Spalter für Wasser-in-Öl-Emulsionen einzusetzen. Die US-Patentschriften 25 52 530 und 25 52 531 beschreiben oxalkylierte Polyalkylenpolyamide als Erdölemulsionsspalter, bei denen das nicht oxalkylierte Polyalkylenpolyamin aus weniger als 50 Alkylenimin-Einheiten aufgebaut ist, d. h. es weist ein Molgewicht von weniger als 2000 auf.

Aus der US-Patentschrift 27 92 372 sind Erdölemul-

Das Ziel wird mit der Verwendung von oxalkylierten Polyalkylenaminen zur Schnellaktivierung von Rohöl erreicht, die dadurch gekennzeichnet ist, daß man als oxalkylierte Polyalkylenamine mindestens ein so den Stickstoffatomen vollständig jeweils 10- bis 300fache oxalkylierte Polyalkylenpolyamine mit 50 bis 2000 wiederkehrenden Alkylenimin-Einheiten im Molekül einsetzt.

Die Herstellungsmethoden für die erfundengemäß zuzusetzenden Verbindungen sind bekannt. Man kann die Verbindungen in einer einzigen oder mehreren Stufen erhalten. Wenn man mehr-, vorzugsweise zweistufig arbeitet, gelingt man im allgemeinen zu definierteren Verbindungen hinsichtlich der Molekulargewichtsverteilung. Bei einstufiger Fahrweise ist die Molgewichtstreuung größer, was aber auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Verbindungen keinen wesentlichen Einfluß ausübt.

Man geht beispielsweise bei zweistufiger Fahrweise so vor, daß man in der ersten Stufe auf das Polyalkylenpolyamin in Gegenwart von 1 bis 50 Gewichtsprozent Wasser in einem mit Rührer versehenen Druckgefäß bei ca. 80 bis 100°C so viel Alkylenoxid einwirken läßt, daß unter Abspaltung sämtlicher Wasserstoffatome bindender Valenzen der Stickstoffatome das entsprechende Aminoalkohol entsteht.

In zweiter Stufe werden nach Entfernung des Wassers, gegebenenfalls unter verminderter Druck, ca. 0,5 bis 2 Gewichtsprozent – bezogen auf wasserfreien Aminoalkohol der erste Stufe – eines alkalischen Katalysators, wie Natriummethylat, Kalium-, Natriumhydroxid oder basische Ionenaustauscher zugefügt, woran sich die weitere Oxalkylierung mit den erforderlichen Mengen Alkylenoxid bei ca. 125 bis 135°C anschließt.

In einstufiger Fahrweise läßt sich die Umsetzung beispielsweise in der Weise durchführen, indem man in Gegenwart von wasserhaltigen oder -freien alkalischen Katalysator obiger Definition die gesamte Menge des Alkylenoxids aufgepreßt und bei Temperaturen zwischen 125 und 135°C durchreagieren läßt. Hier kann – wie gesagt – ein höherer Anteil an Nebenprodukten, wie reinen Polyalkylenpolyäthern, auftreten, was aber keinen wesentlichen Einfluß auf die gewünschten Eigenschaften der Produkte hat.

Ausgangsprodukte für die Herstellung der erfundengemäß zuzusetzenden Verbindungen sind Polyalkylenamine, die aus Äthylenimin und/oder Propylenamin in bekannter Weise erhältlich sind. Vorzugsweise geht man vom Äthylenimin aus. Die Polyalkylenamine haben 50 bis 2000 wiederkehrende Alkylenimin-Einheiten im Molekül.

Bei der Oxalkylierung kommen sämtliche gängigen Alkylenoxide, wie Äthylenoxid, 1,2-Propylenoxid, 1,2- und 2,3-Butylenoxid, Styroloxid oder Cyclohexenoxid in Betracht, wobei speziell Propyle- und Äthylenoxid zu nennen sind.

Die verschiedenen Alkylenoxide können einzeln oder zusammen, und zwar nach dem Schema einer Blockcopolymerisation oder einer Mischpolymerisation mit den Polyalkylenpolyaminen zur Reaktion gebracht werden. Arbeitet man zweistufig, so kann in erster Stufe das Alkylenoxid ebenfalls allein oder als Gemisch zur Anwendung gelingen, woraus im letzteren Fall eine Mischung von Ammoniumaten hinsichtlich der Alkaliongruppierungen resultiert. In zweiter Stufe und im Falle des Einstufeverfahrens wird dann nach obiger Beschreibung verfahren.

Man verwendet im bevorzugten Maße Propylenoxid allein oder Propylenoxid und Äthylenoxid, die nach dem Schema einer Blockcopolymerisation der Reaktion unterworfen werden. Hierbei wird in erster Stufe 1,2-Propylenoxid zur Bildung des entsprechenden Propanolamins, anschließend weiteres Propylenoxid und schließlich Äthylenoxid aufgepreßt, wobei ein Verhältnis von Propylenoxid zu Äthylenoxid bis zu 1 : 15 befriedigende Ergebnisse bewirkt. Man kann aber auch umgekehrt verfahren, d. h. zuerst Äthylenoxid und anschließend Propylenoxid aufpressen und wählt dann zweckmäßig Verhältnisse Äthylenoxid zu Propylenoxid wie 20 : 1 bis 1 : 20. Beide Varianten sind ein- oder zweistufig realisierbar.

Wenn man nach dem Schema einer Mischpolymerisation arbeitet, kann man Mischungen aus Propylenoxid und Äthylenoxid mit einem Verhältnis Propylenoxid zu Äthylenoxid bis zu 1 : 15 (»Mischgase«) verwenden.

Die hier erläuterten Möglichkeiten sind grundsätzlich auch auf die anderen genannten Alkylenoxide anwendbar, wobei die Verhältnisse, falls die Alkylenoxide nicht allein zur Anwendung gelangen, im wesentlichen beliebig gewählt werden können, jedoch im Falle der Mitverwendung von Äthylenoxid den obigen Verhältnissen – unter Berücksichtigung der jeweiligen Molgewichte – angepaßt werden sollten.

Bei allen Arten der Oxalkylierung ist aber wichtig, daß pro oxalkylierbarer Stickstoffvalenz 10 bis 300, vorzugsweise 60 bis 150, Alkylenoxid-Einheiten im Endmolekül vorliegen.

Die Herstellung ist billig und infolge der Ungiftigkeit der erhaltenen Stoffe auch gefahrlos für das Personal.

Die Verbindungen haben neben der hervorragenden Spalterwirkung auch günstige korrosionshemmende Eigenschaften, was ihren Einsatz noch mehr verbilligt, da die sonst noch erforderlichen Korrosionsinhibitoren teilweise oder sogar ganz wegfallen können.

Die erfundengemäß zuzusetzenden Verbindungen – im folgenden Spalter genannt – sind charakterisierbar durch OH-Zahlen, Hydrierjodzahlen und teilweise durch die Trübungspunkte.

Die Spalter können in Substanz oder in Lösung als Kalt- oder Heißspalter für Wasser-in-Öl-Emulsionen vor allem der Art verwendet werden, bei denen die Ölkomponente besonders reich an höhernmolekularen Kohlenwasserstoffen ist.

Sie zeichnen sich bei diesen sehr schwierig zu behandelnden Emulsionen durch ihre unerwartet schnelle Wirkung aus. Die Spalter werden bevorzugt wegen ihrer damit verbundenen besseren Dosierbarkeit als Lösungen eingesetzt. Als Lösungsmittel können Wasser und organische Lösungsmittel mit Siedegrenzen zwischen 50 und 200°C dienen und werden z. B. durch Benzol, Toluol, Xylole, Tetrachlorkohlenstoff, Tetrahydrofuran, Dioxan, niedere Alkohole oder Leichtbenzinfraktionen der gesamten Siedegrenze repräsentiert.

Im Falle der bevorzugten Verwendung von Lösungen werden diese zweckmäßig auf einen Feststoffgehalt (Gehalt an Spalter) von 0,5 bis 50 Gewichtsprozent eingestellt. Bei der Spaltung werden die Lösungen den Rohölen bevorzugt an den Sonden (im Feld) zugegeben. Die Spaltung verläuft dann bereits bei der Temperatur der frisch geförderten Wasser-in-Öl-Emulsion in einer solchen Geschwindigkeit, daß die Emulsion bereits auf dem Weg zum Werkplatz brechen kann. Sie wird dort in einem gegebenenfalls beheizten, Abscheider und gegebenenfalls, wenn die Kaltspaltung nicht allzu leicht verläuft, unter Zuhilfenahme eines elektrischen Feldes,

ohne Schwierigkeiten in Öl und Salzwasser getrennt. (Eine Wasser-in-Öl-Emulsion dieser Art liegt grundsätzlich als Salzwasser-in-Öl-Emulsion vor.) In schwierigen Fällen bleibt in den Abscheidern ein geringer Teil des Salzwassers im Rohöl. Bei der dann erforderlichen Weiterbehandlung in chemischen oder elektrisch-chemischen Wasserabscheidern unter erhöhten Temperaturen hat man den Vorteil, daß der größte Teil des Wassers in den meisten Fällen schon abgeschieden ist und nicht mehr aufgeheizt werden muß. Außerdem wird bei dieser Arbeitweise infolge der schnellschaltenden Wirkung der Spalter das Öl bereits in etwa 60 bis 120 Minuten voll gespalten. Daß in vielen Fällen das Wasser nicht mehr in der ursprünglichen Menge aufgeheizt werden muß, ist an sich schon von großem Vorteil, da Wasser eine ungefähr doppelt so hohe spezifische Wärme ($1 \text{ cal} \times \text{g}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) als Erdöl ($0,5 \text{ cal} \times \text{g}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) aufweist. Bei der erfindungsgemäßen Verwendung der Spalter tritt der zusätzlich große Vorteil auf, daß die erwähnte Nachbehandlung in den meisten Fällen unterbleiben kann. Die Temperaturen, bei denen speziell höhere Kohlenwasserstoffketten enthaltende Rohöle gespalten werden, liegen zwischen 40 und 80°C. Man geht im allgemeinen bei Temperaturen zwischen 50 und 80°C vor und erhält dabei optimale Ergebnisse.

Die Spalter werden den Rohöl-Emulsionen zweckmäßig in Mengen von 1 bis 10 000 ppm, vorzugsweise 10 bis 1000 ppm, bezogen auf das Gewicht der zu spaltenden Emulsion, bei Temperaturen zwischen 50 und 80°C zugesetzt.

Die erfindungsgemäß anzuwendenden Schnellspalter können für Wasser-in-Öl-Emulsionen mit etwa 0,1 bis 90 Gewichtsprozent Salzwassergehalt verwendet werden. Als Öle, die auf diese Weise schnell entwässert werden können, kommen alle die oben charakterisierten Öle verschiedenster Provenienzen in Betracht, vorzugsweise jedoch, da es sich hierbei um die meisten typischen Vertreter der genannten Art handelt, Öle aus Norddeutschland, Nordwestdeutschland und der UdSSR.

Die Trennung der Wasser-in-Öl-Emulsionen verläuft

ohne Zufuhr von zusätzlicher Wärme im Rahmen der angegebenen Temperaturgrenzen außerordentlich rasch und nahezu quantitativ. Wenn in ungünstigen Fällen Wasserabscheider herangezogen werden müssen, so verläuft die Spaltung in wenigen Minuten, höchstens aber in einer bis zwei Stunden.

In den folgenden Beispielen wird die Anwendung der erfindungsgemäß zuzusetzenden Verbindungen geschildert. Als Vergleich sollen einfache Blockcopolymerivate des Äthylen- und Propylenoxids sowie Produkte gemäß den US-Patentschriften 25 52 530, 25 52 351 und 27 92 372 herangezogen werden, die bei Ölen mit geringen Anteilen an höhermolekularen Kohlenwasserstoffen eine zwar sehr gute, im vorliegenden Fall aber ungünstigere Wirkung aufweisen. Als Öle wurden Öle aus Norddeutschland, Nordwestdeutschland und der UdSSR verschiedener Provenienzen, die durch verschiedene Wassergehalte gekennzeichnet sind, untersucht.

Die Versuche wurden in folgender Weise durchgeführt:

Zu je 100 ml Rohemulsion mit bestimmtem Wassergehalt wurden bestimmte Mengen – bezogen auf das Gewicht der Emulsion – (ppm) eines mit in den folgenden Tabellen angegebenen Molmengen Propylenoxid und anschließend mit angegebenen Molmengen an Äthylenoxid oxalkylierten Polyäthylenimins zugegeben. Es wurde jeweils 5 Minuten gerührt. Anschließend wurden die Proben in einen graduierten Standzylinder gegeben und bei den angegebenen Temperaturen sich selbst überlassen.

Die Menge des jeweils abgetrennten Wassers wurde in regelmäßigen Zeitabständen gemessen sowie die Restwasser- und Restemulsionsmenge nach 16 Stunden bestimmt.

Die Resultate sind aus den folgenden Tabellen ersichtlich; sie zeigen vor allem den augenscheinlichen Fortschritt mit Produkten, deren Polyäthylenimin-Grundgerüst mindestens 50 Alkylenimin-Einheiten aufweist.

Tabelle 1

Norddeutsches Rohöl, 22% H₂O, Rührversuch bei 55°C

Produkt	Menge ppm	10 Min.	20 Min.	30 Min.	45 Min.	60 Min.	2 Std.	16 Std.	Rest H ₂ O %	Rest- emulsion %
Polyäthylen-/Polypropylen-glykoläther (Polyäther)	200	0	0	0	0	0	1	13	nicht bestimmt	
Polyäthylenimin 2000/70 PrO/20 ÄO	200	2	4	4	7	11	20	22	0,1	0,1
Polyäthylenimin 1000/38 ÄO/72 PrO	200	0	0	0	1	1	9	21	1,0	0,3

Rohöl aus UdSSR, 42% H₂O, Rührversuch bei 80°C

Polyäther	50	2	3	4	6	7	10	25	nicht bestimmt	
Polyäthylenimin 2000 + 35 ÄO/70 PrO	50	7	11	15	22	26	31	40	1,2	0,0
Polyäthylenimin 1000/36 ÄO/71 PrO	50	7	9	11	17	24	36	41	0,5	0,0
Polyäthylenimin 38 ÄO/72 PrO	50	2	6	10	20	29	39	42	0,2	0,0

Fortsetzung

Produkt	Menge ppm	10 Min.	20 Min.	30 Min.	45 Min.	60 Min.	2 Std.	16 Std.	Rest H ₂ O %	Rest- emulsion %
Nordwestdeutsches Rohöl, 42% H₂O, Rührversuch bei 60°C										
Polyäther	10	Sp	Sp	1	1	2	4	8	nicht bestimmt	
Polyäthylenimin 2000/94 PrO	10	5	10	16	30	35	35	39	2,2	0,2
Polyäthylenimin 500/20 ÄO/80 PrO	10	2	8	19	31	36	38	42	0,2	0,0
Polyäthylenimin 1000/38 ÄO/72 PrO	10	1	6	15	30	39	40	42	0,2	0,0
Nordwestdeutsches Rohöl, 45% H₂O, Rührversuch bei 60°C										
Polyäther	25	Sp	Sp	Sp	Sp	Sp	Sp	3	nicht bestimmt	
Polyäthylenimin 2000/94 PrO	25	0	Sp	6	20	27	35	43	1,8	0,5
Polyäthylenimin 1000/81 PrO/21 ÄO	25	0	10	38	42	43	43	45	0,1	0,0
Polyäthylenimin 1000/38 ÄO/72 PrO	25	1	7	18	39	45	45	45	0,1	0,0
Nordwestdeutsches Rohöl, 32% H₂O, Rührversuch bei 35°C										
Polyäther	100	0	1	3	14	18	20	22	8,0	4,2
Polyäthylenimin 2000/95,5 PrO/24 ÄO	100	0	2	7	20	26	29	30	1,0	0,5
Polyäthylenimin 50/80 PrO/20 ÄO	100	1	6	21	27	28	30	31	0,5	0,0
Polyäthylenimin 1000/81 PrO/21 ÄO	100	0	1	7	22	27	30	31	0,3	0,0
Nordwestdeutsches Rohöl, 35% H₂O, Rührversuch bei 60°C										
Polyäther	25	3	5	10	15	20	25	26	nicht bestimmt	
Polyäthylenimin 100/80 PrO/20 ÄO	25	0	5	11	12	13	19	36	0,1	0,0
Polyäthylenimin 100/36 ÄO/71 PrO	25	3	10	19	25	29	32	35	0,2	0,0
Polyäthylenimin 1000/38 ÄO/72 PrO	25	3	7	13	18	22	27	33	0,8	0,2

Anmerkung:

Die Angabe »Polyäthylenimin 2000/70 PrO/20 ÄO bedeutet: Polyäthylenimin mit im Mittel 2000 wiederkehrenden Äthylenimin-Einheiten, oxalkyliert mit 70 Mol 1,2-Propylenoxid und 20 Mol Äthylenoxid pro NH-Valenz (Polyäthylenimin wurde mit Ammonchlorid oder Äthyldiaminhydrochlorid als Katalysator aus Äthylenimin erhalten). Die übrigen Beispiele sind analog zu verstehen.

Tabelle 2

Nordwestdeutsches Rohöl, 42% H₂O, Rührversuch bei 60°C

Produkt	Menge ppm	10 Min.	20 Min.	30 Min.	45 Min.	60 Min.	2 Std.	16 Std.	Rest H ₂ O %	Rest- emulsion %
Polyäthylenimin 500/80 PO/20 ÄO	10	30	31	35	38	40	42	42	0,1	0,0
Polyäthylenimin 100/80 PO/20 ÄO	10	15	20	23	25	32	36	39	2,2	1,7
Polyäthylenimin 50/80 PO/20 ÄO	10	10	18	20	24	30	33	35	4,7	3,2
Polyäthylenimin*) 35/80 PO/20 ÄO	10	4	11	15	16	18	20	22	nicht bestimmt**)	
Polyäthylenimin*) 20/80 PO/20 ÄO	10	2	5	8	10	12	15	18	nicht bestimmt**)	

Fortsetzung

Produkt	Meng: ppm	10 Min.	20 Min.	30 Min.	45 Min.	60 Min.	2 Std.	16 Std.	Rest- H ₂ O %	Rest- emulsion %
Polyäthylenimin*) 10/80 PO/20 ÄO	10	0	0	1	2	3	3	10	nicht bestimmt**)	
Polyäthylenimin**) aus Äthylchlorid und Ammoniak 80 PO/20 ÄO	10	0	0	1	2	2	4	9	nicht bestimmt**)	

*) Nach US-PS 25 52 530, US-PS 25 52 531.

**) Nach US-PS 27 92 372.

***) Erhaltene Werte über 5%.